

Rec'd PCT/PTO 12 OCT 2005

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP03/15239

28.11.03

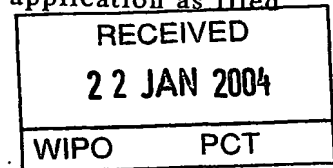
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2002年12月 2日

出 願 番 号  
Application Number: 特願2002-349776  
[ST. 10/C]: [JP2002-349776]

出 願 人  
Applicant(s): 高砂香料工業株式会社

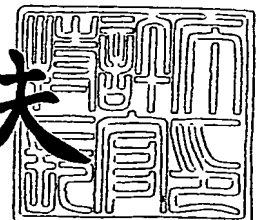


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 1月 8日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3109425

【書類名】 特許願

【整理番号】 021203

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 A23P 1/02

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市西八幡一丁目4番11号 高砂香料工業株式会社 総合研究所内

【氏名】 長尾 正春

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市西八幡一丁目4番11号 高砂香料工業株式会社 総合研究所内

【氏名】 中村 武志

【特許出願人】

【識別番号】 000169466

【氏名又は名称】 高砂香料工業株式会社

【代表者】 新村 嘉也

【代理人】

【識別番号】 100100734

【弁理士】

【氏名又は名称】 江幡 敏夫

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 177519

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9805696

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 顆粒状香料およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 香料と賦形剤を含む原材料から調製した粉末香料をローラーで圧縮して部分的に熔融状態の板状物を得、該板状物を冷却した後、粉碎・造粒することを特徴とする顆粒状香料の製造方法。

【請求項 2】 香料と賦形剤を含む原材料から調製した粉末香料を自然落下させた後に水平スクリー移動させて押圧処理された粉末香料を得、次いで押圧処理された粉末香料をローラーで圧縮して部分的に熔融状態の板状物を得、該板状物を冷却した後、粉碎・造粒することを特徴とする顆粒状香料の製造方法。

【請求項 3】 顆粒状香料の水分含量が 10 重量%以下であって、強度が  $1\text{ N/mm}^2 \sim 50\text{ N/mm}^2$  であることを特徴とする顆粒状香料。

【請求項 4】 粒径が  $105\text{ }\mu\text{m} \sim 2\text{ mm}$  である粒子を含む顆粒状香料であって、その粒径を持つ粒子の割合が 85 重量%以上である請求項 3 記載の顆粒状香料。

【請求項 5】 請求項 3 または 4 に記載された顆粒状香料を含むことを特徴とする飲食品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、顆粒状香料の製造方法および特定の水分含量および強度を有する顆粒状香料に関する。さらには、保存安定性に優れた顆粒状香料であって、顆粒状香料自体の形が崩れにくく、しかも必要なときに香気が速やかに放出される顆粒状香料に関するものである。

【0002】

【従来技術と解決すべき課題】

香料を粉末化する方法としては、従来から噴霧乾燥法（スプレードライ）、凍結乾燥法、吸着法などの方法が知られている。

噴霧乾燥法（スプレードライ）により粉末香料を製造すると、得られた粉末は、その粉体の大きさが  $50 \sim 200\text{ }\mu\text{m}$  と比較的小さい為、流動性に劣るだけでなく冷水等

に溶解しづらいという欠点がある。その点、原材料を凍結させ乾燥させる凍結乾燥法を用いると噴霧乾燥法による上記欠点は解消されるが、今度は乾燥時間が長くなるため、効率的ではない。吸着法は液体と粉体を混合するという簡単な操作で粉末香料が得られる為、処理時間も短く合理的で有るのだが、粉末香料を保存しておくとも風味劣化を受けやすく、又吸湿されやすいという問題点があった。

#### 【0003】

一方、従来の造粒法では水を揮散させるための加熱処理が風香味の劣化の原因になるという認識のもとに、油脂と粉末食品を混合し、得られた混合物を乾式圧縮造粒法によって造粒する技術が報告されている（例えば、特許文献1を参照）。

また、従来の造粒法では加熱する工程中で香りが飛散されてしまい、風味が損なわれてしまうという認識のもとに、風味成分のエキス粉末を10%以上含む粉末含量を用い、該粉末原料中の水分含有量を1～5%として水を添加しないで圧縮造粒する製法が報告されている（例えば、特許文献2を参照）。

【特許文献1】特開平11-276144号（とくに第2欄8～11行）

【特許文献2】特開平11-239461号（とくに第3欄16～18行）

#### 【0004】

本発明者等は上記乾式圧縮造粒法を用いて得られる粉末香料を研究する中で、粉末香料をチューインガム基材中に配合して板ガムを得、その板ガムを噛むと香気の発現が遅れ気味となり、しかもその香気が弱まっていることに気づいた。いろいろと研究する途中でこの現象は粉末香料の形が崩れ、粉末内部の香料がリリースされ、チューインガム基材中に溶解するためではないかと推定された。

そこで、本発明の課題は形が崩れにくい顆粒状香料を得ることにある。しかも、その特性を有すると共に、香気の保存安定性が良く、望むときには香気が速やかに発現される顆粒状香料を得ることにある。

#### 【0005】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者らは上記課題を解決すべく鋭意研究した結果、従来から知られている粉末香料をローラーで強く圧縮して部分的に熔融状態の板状物を得、この板状物を冷却してから粉碎・造粒すると、形が崩れにくく、しかも香気の保存安定性が

良く、望むときには香気が速やかに放出される顆粒状香料が得られることを見出した。さらに研究を重ね、香料と賦形剤を含む原材料から調製された粉末香料を自然落下させた後に水平スクリー移動させて押圧処理された粉末香料を得、次いで押圧処理された粉末香料をローラーで圧縮して部分的に熔融状態の板状物を得、この板状物を冷却してから粉碎・造粒すると、形が崩れにくく、しかも香気の保存安定性が良く、望むときには香気が速やかに放出される顆粒状香料が得られることを見出し、本発明を完成させた。

#### 【0006】

すなわち、本発明は

香料と賦形剤を含む原材料から調製した粉末香料をローラーで圧縮して部分的に熔融状態の板状物を得、該板状物を冷却した後、粉碎・造粒することを特徴とする顆粒状香料の製造方法、

香料と賦形剤を含む原材料から調製した粉末香料を自然落下させた後に水平スクリー移動させて押圧処理された粉末香料を得、次いで押圧処理された粉末香料をローラーで圧縮して部分的に熔融状態の板状物を得、該板状物を冷却した後、粉碎・造粒することを特徴とする顆粒状香料の製造方法、

#### 【0007】

顆粒状香料の水分含量が10重量%以下であって、強度が $1\text{N/mm}^2 \sim 50\text{N/mm}^2$ であることを特徴とする顆粒状香料、

さらに粒径が $105\mu\text{m} \sim 2\text{mm}$ である粒子を含む顆粒状香料であって、その粒径を持つ粒子の割合が85重量%以上である上記顆粒状香料、

上記顆粒状香料を含むことを特徴とする飲食品を提供することにある。

#### 【0008】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

まず、顆粒状香料を構成する原料の一つである香料について説明する。

本発明で用いられる香料は当初の目的を達成できる香料であればとくに限定されない。例えば、植物性原料から圧搾、水蒸気蒸留などの手段により得られる精油

、植物原料を炭酸ガスを含む溶剤で抽出し、不溶物を濾過した後、溶剤を除去して得られるオレオレジン、果汁を濃縮する際に、水とともに留出する香気成分を回収装置に導き、オイルまたは濃縮水溶液として回収した回収フレーバー、動植物原料に各種の溶媒を接触させ、該原料から必要な香味成分を抽出し、これらの溶媒を必要により留去、濃縮して得られるエキストラクト、混合物から一つの化合物を純粋に取り出した単離香料、食品素材を加熱することにより生成する加熱調理フレーバー、乳原料、蛋白質、脂質を基質とした生化学反応により生成する微生物酵素フレーバーなどの天然素材由来の香料や、酢酸アミル、ベンジルアルコール、ゲラニオール、フェニルエチルアルコールなど化学的に合成した合成香料が挙げられる。天然香料素材の一例を挙げると、鰹節エキス、昆布エキス、カニエキス、カキエキス、ビーフエキス、チキンエキス、ポークエキス、タマネギエキス、ニンジンエキス、オレンジ果汁、レモン果汁、グレープフルーツ果汁などである。これらは単独、または2種類以上を組み合わせ使用することが出来る。またはそれらの香料の中から適宜選択・混合して得られる調合香料であればどのようなものでも使用できる。

#### 【0009】

より好ましい香料としては、精油やオレオレジンなどの香料、1-メントール、シトラール、ゲラニオール、バニリンなどの合成香料、オレンジ、レモン、グレープフルーツなどのシトラス系香料、アップル、バナナ、グレープ、ピーチ、ストロベリー、メロン、パイナップルなどのフルーツ系香料、ペパーミント、スペアミントなどのミント系香料、ペッパー、シンナモン、ナツメグ、クローブなどのスパイス系香料、バニラ、コーヒー、ココア、ハーゼルナッツなどのナッツ系香料、ビーフ、ポーク、チキン、サーモン、カニ、エビなどの畜産・水産系香料、紅茶、緑茶、烏龍茶などの茶系香料、ミルク、チーズ、バターなどのデイリー香料などが例示される。

#### 【0010】

次に顆粒状香料を構成する賦形剤について説明する。

賦形剤としては、親水性物質が好ましく、ゼラチン、カゼイン、カゼインナトリウム、ホエータンパク、脱脂粉乳、全脂粉乳、アルブミン等の親水性蛋白質、マ

ルトデキストリン、化工澱粉(酸分解澱粉、酸化澱粉、 $\alpha$ 化澱粉、グラフト化澱粉、エーテル化澱粉、酢酸、リン酸等を反応させたエステル化澱粉等)、アルギン酸塩、アラビアガム、大豆多糖類、グアーガム、キサントガム、ペクチン、カルボキシメチルセルロース、アガロース等の親水性多糖類、HAP、HVP等のタンパク部分加水分解物、オリゴ糖等の澱粉部分分解物、乳糖に代表される糖類等が挙げられる。なお、これらに酢酸、クエン酸等の有機酸、塩化ナトリウム、塩化カリウム等の通常の食品に使用される塩類等のいずれか少なくとも一種を含有する賦形剤であってもよい。

#### 【0011】

より具体的には、グルコース、フルクトースなどの単糖類、スクロース、マルトース、トレハロースなどのオリゴ糖類、澱粉、加工澱粉などの多糖類、カゼイン、ゼラチン、ホエータンパク質などのタンパク質が挙げられる。

#### 【0012】

本発明で原料として用いる粉末香料はすでに公知の方法で調製された粉末香料を使用する。具体的には噴霧乾燥法(スプレードライ)、吸着法などの公知の方法を利用して得られた粉末香料を原料として使用することができる。

噴霧乾燥法(スプレードライ)による粉末香料の製法は、本出願前公知の方法を利用できる。ここでは、代表的な製法を説明するが、本発明はこの方法に限定されることはない。具体的に説明すると、初めに水と既に説明した賦形剤より選ばれた賦形剤および必要に応じて乳化剤を混合し、加熱・殺菌する。次に予め秤量した香料を添加し、TKミキサー等のミキサーを用いて、攪拌・混合を行い、乳化する。ついで該乳化液をスプレードライヤーにて噴霧乾燥した後に、篩い分けを行い、粉末香料を得る。

吸着法による粉末香料の製法は、本出願前公知の方法を利用できる。代表的な製法として、既に説明した賦形剤より選ばれた賦形剤に予め秤量した香料を混合・吸着させ、粉末香料を得る。

#### 【0013】

上記粉末香料をローラーで圧縮するのであるが、通常はローラーとローラーの間に粉末香料を供給し、圧縮する。粉末香料をローラー間に供給した方法はとくに

限定されない。たとえば、水平スクリーにて供給する方法が好ましい。ローラーとローラーの間に供給された粉末香料をローラーの回転によって強く圧縮する。ローラーを回転し続けるとローラーとローラーの間から板状物が出て来るのであるが、その板状物は部分的に熔融状態になるほど、強く圧縮することが必要である。ここで、板状物とは一定の厚みを持つ幅広い帯状物あるいはそれに類似する物をいう。また、部分的に熔融状態な板状物とは、板状物のすべてが熔融状態になってはおらず、自己支持性が保持されている状態をいう。これを、言い換えれば板状物の表面部分は部分的あるいは全面的に粘調状態になっており、内部は自己支持性を有する程度に硬くなっており、とくに他の支持体の介添えに依存することなく次の工程に入れる状態の板状物をいう。

#### 【0014】

上記部分的に熔融状態である板状物を得るためには、とくに粉末香料を強く圧縮することが必要である。すなわち、粉末香料を構成する材料などにより異なるが、通常では粉末香料をローラー圧縮圧が15N/cm以上、さらには20N/cm以上とすることが好ましい結果を与える。なお、ローラー圧縮圧の上限は粉末香料を圧縮する装置にもよるが、例えば60N/cm程度である。ローラー圧縮圧とはローラーの性能を表す用語であり、ローラーで粉末香料を圧縮するときの単位圧縮幅当たりの圧縮荷重をいう。

ローラー圧縮圧 (N/cm) の算出法はローラーにかかる力 (N) をローラーの有効長さ (cm) (粉末香料と接触し、圧縮している部分のローラーの長さ) で割った値であり、ローラーにかかる力 (N) はローラーの油圧 (ゲージ圧) (N/cm<sup>2</sup>) と支柱の断面積 (cm<sup>2</sup>) との積である。

#### 【0015】

本発明では粉末香料を圧縮する好ましい条件は、圧縮される粉末香料を構成する材料、該粉末香料のローラー間への供給量、ローラーとローラーとの間隔、ローラー圧縮圧、ローラー回転数などにより変動するのであるが、例えば粉末香料のローラー間への供給手段としてのスクリー回転数が10～20rpm、ローラー圧縮圧が15N/cm以上、さらには20N/cm以上、ローラー回転数12～20rpmとすると好ましい結果が得られる。



## 【0016】

次にこの部分的に熔融状態の板状物を冷却する。板状物の周囲の空気を利用する冷却法を用いることができるが、ファンなどを利用して空気を板状物に吹き付ける方法、さらには冷やされた空気を吹き付ける方法などの積極的冷却法を採用することが好ましい。

次に冷却された板状物を粉碎し、造粒する。ここで用いる方法は所期の目的を達成できる限りどのような方法を用いてもよい。

## 【0017】

本発明では、粉末香料をローラーにて強く圧縮する操作を行う前にあらかじめ粉末香料を押圧処理しておくことが好ましい。すなわち、粉末香料を粉末の自重により自然落下させ、つぎに水平スクリー移動させることにより粉末香料を押圧処理することが好ましい。

## 【0018】

かくして、本発明の顆粒状香料が調製された。

本発明の顆粒状香料は、水分含量が15重量%以下であれば使用出来るが、10重量%以下であることが望ましい。

本発明の顆粒状香料を、例えば粉末飲料(粉末紅茶、粉末ジュース、粉末スープ)又は粉末調味料(粉末化学調味料、粉末ダシ、粉末醤油、粉末ソース)類のような吸湿し易くアミノ酸類、糖質、有機酸が多く添加されている製品中に配合すると、水分含有の高い顆粒状香料の場合には商品全体がケーキングし商品価値が無くなる。この為、添加できる造粒物の水分管理が必要である。なお、水分含量は低いほど好ましいが、その下限は現実的には0.5重量%程度である。

## 【0019】

この水分含量はすでに既知の方法を用いて測定することができる。代表的な方法としてカールフィッシャー法が知られおり、日本薬局方に細かく規定されている。本発明ではカールフィッシャー水分計(京都電子社製: MKA-210型)を使用し、日本薬局方の規定に準じて水分を測定した。

## 【0020】

本発明で得られた顆粒状香料は、その強度は $1\text{N/mm}^2 \sim 50\text{N/mm}^2$ であるとよい結

果をもたらす。 $1\text{N/mm}^2$ よりも低い強度であると顆粒状香料は崩れやすくなり、外からの力がかかると容易に崩れやすくなり、粉末自体の形を維持することが困難となる。また、 $50\text{N/mm}^2$ よりも高い強度であると得られた顆粒状香料の可溶性の程度が下がり、香料含量を高くすることができないばかりでなく、製造コストが高くなる。なお、香料の含有量、製造コストなどを考慮すると顆粒状香料の強度は $1\text{N/mm}^2 \sim 10\text{N/mm}^2$ 程度が好ましく、さらには $1\text{N/mm}^2 \sim 5\text{N/mm}^2$ 程度であることが好ましい。

本発明では強度の測定は既知の方法を用いればよい。具体的には、岡田精工株式会社製粒子強度測定装置 モデルGM型を使用した。すなわち、強度を測定したい顆粒状香料を選び、一定のスピードで顆粒状香料に負荷をかけ、顆粒状香料の形が崩れたときの力を基にして強度を算出する。本発明の顆粒状香料は強度が高いのであるが、水溶性であり、水分が存在すると速やかに溶解してしまう。

#### 【0021】

なお、本発明の顆粒状香料は粒径が $105\mu\text{m} \sim 2\text{mm}$ である粒子を顆粒状香料全体中に85重量%以上含まれていることが好ましい。さらには当該粒径が $105\mu\text{m} \sim 2\text{mm}$ である粒子を顆粒状香料全体中に90重量%以上含まれていればより好ましい。なお、本発明の顆粒状香料はその使用用途により好ましい粒度がある。例えば粉末飲料の場合は、グラニュー糖、クエン酸、粉体香料が主要成分であるが、各々の原料の粒径差が大きいと分級を生じ、不均一になり、問題となる。したがってグラニュー糖に近い粒度を持つ顆粒状香料が要求され、 $2.0\text{mm} \sim 500\mu\text{m}$ の顆粒状香料を使用することが好ましいが、 $2\text{mm} \sim 1\text{mm}$ の範囲の粉末を使用することがより好ましい。また、インスタントラーメンに使用されている別添用粉末調味料は化学調味料、畜肉エキスパウダー、野菜パウダー等を使用しているが、このときには $1\text{mm} \sim 105\mu\text{m}$ の範囲の顆粒状香料を使用することが好ましく、 $500\mu\text{m} \sim 105\mu\text{m}$ の範囲の顆粒状香料を使用することがより好ましい。

粒度分布の測定方法はJIS標準ふるいを用い $2.0\text{mm}$ 以上、 $2.0 \sim 1.0\text{mm}$ 、 $1.0\text{mm} \sim 500\mu\text{m}$ 、 $500\mu\text{m} \sim 250\mu\text{m}$ 、 $250\mu\text{m} \sim 105\mu\text{m}$ 、 $105\mu\text{m}$ 以下に篩い分けを行った。

## 【0022】

本発明で得られた顆粒状香料は例えばソフトカプセルや筒状の紙容器、インスタントラーメンの別添スープ用包みなどに充填されるのであるから、粉末の比重が出来るだけ重いほうが、コンパクトに収まり、有益である。具体的には、本発明で得られた顆粒状香料のゆるみ見かけ比重は $1\text{g}/\text{cm}^2 \sim 0.81\text{g}/\text{cm}^2$ が望ましい。

このゆるみ見かけ比重の測定方法はすでに既知である。本発明ではパウダー テスター（ホソカワミクロン社製）を使用し、ゆるみ見かけ比重( $\text{g}/\text{cm}^2$ )値を測定した。

## 【0023】

本発明で得られた顆粒状香料が配合される食品としては、特に限定されるものではないが、例えば、飲料、粉末飲料、キャンディー、チューインガム、錠菓、チョコレート、スナック等の製菓製品、ヨーグルト、アイスクリーム等のデザート類、畜肉・水産製品、粉末調味料、お茶漬けの素などの粉末状食品、電子レンジ対応調理済み食品(冷凍、レトルト食品)などの飲食品に利用することが出来る。その飲食品への本発明の顆粒状香料の配合量は飲食品や顆粒状香料により決められるものであって、とくに限定されない。

## 【0024】

【実施例】次に、実施例、比較例、応用例および試験例を挙げて本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれらに何ら限定されるものではない。

## 実施例1

トレハロース(林原商事株式会社)10kgに黄色4号の色素100gをブレンドした後、レモンフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.2kgを混合・吸着させ吸着型粉末香料を得た。この吸着型粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリーンを利用し、スクリーン回転数15rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料を、ローラー圧縮圧25N/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷風にて冷却した。この冷却物を回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

## 【0025】

## 比較例1

トレハロース(林原商事株式会社)に10kgに黄色4号の色素100gをブレンドした後、レモンフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.2kgを混合・吸着させ、吸着型粉末香料を得た。

#### 【0026】

##### 比較例2

トレハロース(林原商事株式会社)10kgに黄色4号の色素100gをブレンドした後、レモンフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.2kgを混合・吸着させ吸着型粉末香料を得た。この吸着型粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリーンを利用し、スクリーン回転数48rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料をローラー圧縮圧7N/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷却することなく回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

#### 【0027】

##### 実施例2

無水結晶マルトース(林原株式会社製)10kgにメントールフレーバー(高砂香料工業株式会社製)1kgを混合・吸着させ吸着型粉末香料を得た。この吸着型粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリーンを利用し、スクリーン回転数15rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料をローラー圧縮圧25N/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷風にて冷却した。この冷却物を回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

#### 【0028】

##### 比較例3

無水結晶マルトース(林原株式会社製)10kgにメントールフレーバー(高砂香料工業株式会社製)1kgを混合・吸着させ、吸着型粉末香料を得た。

#### 【0029】

##### 比較例4

無水結晶マルトース(林原株式会社製)10kgにメントールフレーバー(高砂香料工業株式会社製)1kgを混合・吸着させ吸着型粉末香料を得た。この吸着型粉末香料

をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリーンを利用し、スクリーン回転数48rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料をローラー圧縮圧7N/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷却することなく回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

### 【0030】

#### 実施例3

無水結晶マルトース(林原株式会社製)10kgにレモンフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.5kgを混合・吸着させ吸着型粉末香料を得た。この吸着型粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリーンを利用し、スクリーン回転数15rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料をローラー圧縮圧25N/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷風にて冷却した。この冷却物を回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

### 【0031】

#### 比較例5

無水結晶マルトース(林原株式会社製)10kgにレモンフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.5kgを混合・吸着させ、吸着型粉末香料を得た。

### 【0032】

#### 比較例6

無水結晶マルトース(林原株式会社製)10kgにレモンフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.5kgを混合・吸着させ吸着型粉末香料を得た。この吸着型粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリーンを利用し、スクリーン回転数48rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料をローラー圧縮圧7N/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷却することなく回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

### 【0033】

#### 実施例4

無水結晶マルトース(林原株式会社製)10kgにアツプルフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.2kgを混合・吸着させ吸着型顆粒状香料を得た。この吸着型粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリューを利用し、スクリュー回転数15rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料をローラー圧縮圧25N/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷風にて冷却した。この冷却物を回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

#### 【0034】

##### 比較例7

無水結晶マルトース(林原株式会社製)10kgにアツプルフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.2kgを混合・吸着させ、吸着型粉末香料を得た。

#### 【0035】

##### 比較例8

無水結晶マルトース(林原株式会社製)10kgにアツプルフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.2kgを混合・吸着させ吸着型粉末香料を得た。この吸着型粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリューを利用し、スクリュー回転数48rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料をローラー圧縮圧7N/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷却することなく回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

#### 【0036】

##### 実施例5

ソルビトール(メルク株式会社製)10kgにアツプルフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.2kgを混合・吸着させ吸着型粉末香料を得た。この吸着型粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリューを利用し、スクリュー回転数15rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料をローラー圧縮圧25N/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷風にて冷却した。この冷却物を回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

## 【0037】

## 比較例9

ソルビトール(メルク株式会社製)10kgにアツプルフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.2kgを混合・吸着させ、吸着型粉末香料を得た。

## 【0038】

## 比較例10

ソルビトール(メルク株式会社製)10kgにアツプルフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.2kgを混合・吸着させ吸着型粉末香料を得た。この吸着型粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリーンを利用し、スクリーン回転数48rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料をローラー圧縮7N/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷却することなく回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

## 【0039】

上記により得られた粉末について、次のようにして評価を行った。

## 応用例-1 顆粒状香料を含むチューインガムの製造

チューインガムベース(高砂香料工業株式会社製)100gに上記比較例-1得られた粉末香料5g、比較例-2および実施例-1で得られたそれぞれの顆粒状香料5gを約50℃で配合・混和し、冷却後ローラーにより圧延成型し、1枚3gの三種類の板ガムを得た。

## 【0040】

## 試験例-1 顆粒状香料の形の確認

応用例1で得られた板ガムを検査した結果、実施例-1で得られた顆粒状香料を使用した板ガム内には顆粒状香料の粉末の形がほぼそのままの形で残っていた。一方、比較例-1得られた粉末香料および比較例-2で得られた顆粒状香料を使用した板ガム内には多くの粉末香料および顆粒状香料の形が崩れていた。

## 【0041】

## 試験例-2 顆粒状香料の官能評価

応用例1で得られた板ガムを次のような基準で官能評価した。専門パネラー10名

にて板ガムの香気、香味を官能評価した。評価手順は、板ガムをかみ始めてから15秒後、30秒後、1分後、以下1分毎に5分後に、それぞれ香気発現の強さの評価および美味しさの総合判断を評価した。香気発現の強さは、弱い、やや弱い、やや強い、強いとの4段階で評価し、美味しさの総合判断はおいしい、おいしくないとの評価を行った。

# 【0042】

この評価結果を表-1に示す。

表-1

顆粒状香料	総合判断	リリース(ガム生地からの香料発現強度)		
		前半	中間	後半
比較例-1	おいしくない10名 おいしい 0名	弱い	やや強い	やや強い
比較例-2	おいしくない 7名 おいしい 3名	やや弱い	やや強い	やや強い
実施例-1	おいしくない 1名 おいしい 9名	強い	やや強い	やや弱い

表中、前半は0～1分、中間は1分を超えて3分まで、後半は3分を超えて5分までを意味する。

# 【0043】

上記表より、風味の総合判断としてのおいしい、おいしくないの結果から実施例-1で得られた顆粒状香料を含む板ガムがおいしく感じていた。その理由はチューインガム咀嚼開始直後実施例-1で得られた顆粒状香料を含む板ガムはレモンの爽やか感がより早く発現したが、比較例-1で得られた粉末香料および-2で得られた顆粒状香料を含む板ガムは香料の発現までに時間がかかることと、発現の強度が弱いことからすると推測される。これは先の試験例-1で観察されたとおり、板ガム内に顆粒状香料が崩れずに粉末の形が残っているため、顆粒状香料中に香料が保持されており、板ガムの咀嚼時に香料が有効に発現する為と推定される。



## 【0044】

## 試験例-3 顆粒状香料の壊れにくさ

表2記載の比較例-および実施例にて得られた顆粒状香料それぞれを直径6cm高さ10cmの円筒径の容器に50g入れ、往復型振動機にてストローク4cm、振動数160回/分にて120分振動させ、振動前後の粒度をJIS標準ふるいを用いて測定し、顆粒状香料の壊れにくさを測定した。

この測定結果を表-2に示す。

## 【0045】

表-2

顆粒状香料	振動前の粒度	振動後の粒度
比較例-4	1.7mm～1mm品	1mm以下品32.7%
実施例-2	1.7mm～1mm品	1mm以下品17.5%
比較例-2	1.7mm～1mm品	1mm以下品10.0%
実施例-1	1.7mm～1mm品	1mm以下品6.0%

## 【0046】

## 試験例-4 顆粒状香料の保存安定性

比較例-1で得られた粉末香料、比較例-2および実施例-1で得られた顆粒状香料を60℃の恒温機に保管し、1週間後、2週間後の顆粒状香料の香調を専門パネラー10名にて評価した。

評価結果を表-3に示す。

## 【0047】

表-3

	1週間後	2週間後
比較例-1	変化多い 10名	変化多い(香気飛散・弱い) 10名
比較例-2	やや変化を認める 9名	酸化劣化臭認める 9名
実施例-1	変化なし 10名	殆んど変化無し 9名

上記表より比較例-1の粉末香料は2週間経過すると粉末香料中の香気が殆んど抜けてしまい製品としての価値が失われていた。比較例-2の顆粒状香料も実施例-1の顆粒状香料に比べると安定性に劣った。このことは顆粒状香料の製造工程において、高圧で圧縮させる工程を経ることにより顆粒状香料のマトリックスがより密になり、空気酸化や香気の流れが防止出来ていると判断出来た。

#### 【0048】

#### 試験例-5 顆粒状香料の強度

表4に記載された比較例および実施例で得られた顆粒状香料を試料台に置き、100  $\mu\text{m}/\text{sec}$ のスピードにて顆粒状香料に負荷をかけ、顆粒状香料の形が崩れた時の負荷ピーク値を測定した。その値を一定の計算式  $4P/(\pi \times D \times D)$  に当てはめ、顆粒状香料の強度を算出した。式中、Pは負荷ピーク値、Dは顆粒状香料の粒径を示す。

結果を表-4に示す。

表4

顆粒状香料	強度mN/mm <sup>2</sup>
実施例-1	1992
比較例-2	176
実施例-2	1293
比較例-4	644
実施例-3	1358
比較例-6	801
実施例-4	4885
比較例-8	882

## 【0049】

## 試験例-6 顆粒状香料の粒度分布

表5に記載された実施例および比較例で調製された顆粒状香料の粒度分布をJIS標準ふるいを用いて測定した。

結果を表-5に示す。

表-5

顆粒状香料	2mm以上	2mm～ 1mm	1mm～ 500μm	500μm～ 250μm	250μm～ 105μm	105μm 以下
実施例-1	0.9	67.6	16.9	6.8	4.9	2.9
比較例-4	10.7	4.9	7.6	11.3	53.5	12.0
実施例-5	3.5	54.5	19.8	7.9	7.0	7.3
比較例-10	1.4	39.2	18.8	6.1	11.7	22.8

この表の結果から、本発明で得られた顆粒状香料は比較例で得られた顆粒状香料と比較して、粒度が小さい顆粒の存在量割合が少ないことが分かる。これは本発明で得られた顆粒状香料は顆粒化の歩留まりが良く、産業上有用であることを意味する。

## 【0050】

## 実施例-6

初めに水15kgと賦形剤であるデキストリン(松谷化学製)8.9kg、乳化剤0.1kg(ポリグリセリン脂肪酸エステル)を溶解させた後、香料としてレモンオイル1kg(高砂香料工業株式会社製)を添加し、TKミキサーを用いて、攪拌混合を行い、乳化物を得た。ついで該乳化物を入口温度180℃排出温度90℃に設定されたスプレードライヤーにて噴霧乾燥し、粉末香料を得た。この粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリーンを利用し、スクリーン回転数15rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料を、ローラー圧縮圧25N/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷風にて冷却した。この冷却物を回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

## 【0051】

## 比較例-11

初めに水15kgと賦形剤であるデキストリン8.9kg、乳化剤0.1kg(ポリグリセリン脂肪酸エステル)を溶解させた後、香料としてレモンオイル1kg(高砂香料工業株式会社製)を添加し、TKミキサーを用いて、攪拌混合を行い、乳化物を得た。ついで該乳化物を入口温度180℃排出温度90℃に設定されたスプレードライヤーにて噴霧乾燥し、粉末香料を得た。この粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリーンを利用し、スクリーン回転数48rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料を、ローラー圧縮圧7ton/cm、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷却することなく回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

## 【0052】

## 実施例-7

脱脂粉乳(明治乳業株式会社)10kgにミルクフレーバー(高砂香料工業株式会社製)0.2kgを予め吸着させ吸着型粉末香料を得た。この吸着型粉末香料をホッパー内で自然落下させ、次いで水平スクリーンを利用し、スクリーン回転数15rpmで水平移動させ、圧縮用ローラー間に供給した。該粉末香料をローラー圧縮圧25N/cm

、ローラー間隔0.5mm、ローラー回転数15rpmの条件下で圧縮し、板状物を得た。この板状物を冷風にて冷却した。この冷却物を回転式粉碎機にて粉碎し、サイズを揃え、顆粒化物を得た。

【 0 0 5 3 】

【発明の効果】

本発明により、これまでにない強度の高い顆粒状香料が得られた。そのうえ、本発明の顆粒状香料は香風味の安定性に優れ、粉末の形状維持性が高く、崩れにくいという性質を有するだけでなく、水溶性にも優れている。

本発明の顆粒状香料は、外からの力を受けても香料が粉末内に保持され、必要なときに香料が発現されることを可能にした、ということができる。さらに、振動により形態が崩れにくいことを意味し、トラック輸送などによる顆粒状香料含有製品の物流時の振動や顆粒状香料含有食品の加工時の機械的衝撃を受けても顆粒状香料の形が維持され、商品価値の著しい低下を防止できることを意味する。

さらに、本発明により目的の粒子径を持つ顆粒状香料が高収率で得られ、顆粒化の歩留まりが良く、産業上からも極めて有用である。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

望むときには香気が速やかに発現される顆粒状香料を得ること。しかも、その特性を有すると共に、香気の保存安定性が良い顆粒状香料を得ること。さらには、形状が崩れにくい顆粒状香料であって、当該顆粒状香料自体あるいはその顆粒状香料を含む飲食品の輸送時等においても形状が崩れにくい顆粒状香料を得ること。該調製された顆粒状香料の水分含量は10重量%以下であり、強度は $1\text{N/mm}^2 \sim 50\text{N/mm}^2$ である。

【解決する手段】

香料と賦形剤を含む原材料から調製された粉末香料を自然落下させた後に水平スクリーン移動させて押圧処理された粉末香料を得、次いで押圧処理された粉末香料をローラーで圧縮して部分的に熔融状態の板状物を得、該板状物を冷却した後、粉碎・造粒して顆粒状香料を得た。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 3 4 9 7 7 6
受付番号	5 0 2 0 1 8 2 1 3 1 4
書類名	特許願
担当官	第四担当上席 0 0 9 3
作成日	平成 1 4 年 1 2 月 3 日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年12月 2日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 2 - 3 4 9 7 7 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 1 6 9 4 6 6 ]

1. 変更年月日

1 9 9 8 年 1 1 月 2 6 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都大田区蒲田 5 丁目 3 7 番 1 号 ニッセイアロマスクエア  
1 7 ・ 1 8 階

氏 名

高砂香料工業株式会社

2. 変更年月日

1 9 9 9 年 3 月 4 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都大田区蒲田五丁目 3 7 番 1 号

氏 名

高砂香料工業株式会社